

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Appln. No: To Be Assigned
Applicants: Yong Qiu et al.
Filed: Herewith
Title: ORGANIC LIGHT-EMITTING DEVICES AND THEIR ENCAPSULATION
METHOD AND APPLICATION OF THIS METHOD
TC/A.U.:
Examiner:

CLAIM TO RIGHT OF PRIORITY


Mail Stop Patent Application
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Pursuant to 35 U.S.C. § 119, Applicants hereby claim the benefit of prior Chinese Patent Application No. 02149122.4, filed November 25, 2002.

A certified copy of the above-referenced application is enclosed.

Respectfully submitted,



Christopher R. Lewis, Reg. No. 36,201
Lowell L. Carson, Reg. No. 48,548
Attorney(s) for Applicant(s)

LLC/lrb

Enclosure: Certified Copy of Patent Application No. 02149122.4

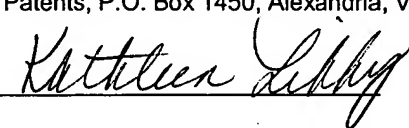
Dated: November 24, 2003

P.O. Box 980
Valley Forge, PA 19482-0980
(610) 407-0700

The Commissioner for Patents is hereby authorized to charge payment to Deposit Account No. 18-0350 of any fees associated with this communication.

EXPRESS MAIL Mailing Label No.: EV 325927071 US
Date of Deposit: November 25, 2003

I hereby certify that this paper and fee are being deposited, under 37 C.F.R. § 1.10 and with sufficient postage, using the "Express Mail Post Office to Addressee" service of the United States Postal Service on the date indicated above and that the deposit is addressed to the Mail Stop Patent Application, Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450.



Kathleen Libby

证 明

本证明之附件是向本局提交的下列专利申请副本

申 请 日： 2002 11 25

申 请 号： 02 1 49122.4

申 请 类 别： 发明

发明创造名称： 一种有机电致发光器件的封装层及其制备方法和应用

申 请 人： 清华大学

发明人或设计人： 邱勇； 段炼； 李扬； 王立铎



中华人民共和国
国家知识产权局局长

王 景 川

2003 年 11 月 17 日

权 利 要 求 书

1. 一种有机电致发光器件的封装层, 该封装层位于器件一侧或两侧, 包括由聚合物材料层和陶瓷材料层以一定周期数 n 交替重叠组成的薄膜层, 其特征在于: 还包括位于薄膜层上的一层有机绝缘材料厚膜层, 这层厚膜层采用聚合物材料。
2. 根据权利要求 1 所述的封装层, 其特征在于, 所述的薄膜层周期数 n 为 $1 \sim 10$ (整数)。
3. 根据权利要求 1 所述的封装层, 其特征在于, 所述的薄膜层中的聚合物材料层的膜厚为 $50 \sim 1000\text{nm}$, 采用聚甲基丙烯酸甲酯、聚甲基丙烯酸乙酯、UV 固化胶中的一种聚合物。
4. 根据权利要求 1 所述的封装层, 其特征在于, 所述的薄膜层中的陶瓷材料层, 膜厚为 $10 \sim 1000\text{nm}$, 采用氮化物、氧化物或氮氧化物中的一种材料。
5. 根据权利要求 4 所述的封装层, 其特征在于, 所述的薄膜层中的陶瓷材料层是氮化硅、氮化铝、氮化钛、氧化硅、氧化铝、氧化钛、氮氧化硅、氮氧化铝、氮氧化钛中的一种材料。
6. 根据权利要求 1 所述的封装层, 其特征在于, 所述的有机绝缘厚膜层的膜厚为 $10 \sim 1000\mu\text{m}$, 采用 UV 固化胶。
7. 一种制备权利要求 1 所述的封装层的方法, 该方法包括以下步骤:
 - ① 在有机电致发光器件的一侧蒸镀一层液态的未聚合的聚合物单体层, 经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜;
 - ② 在上述聚合物材料层上淀积一层陶瓷材料层;
 - ③ 重复上述步骤①~②, 再制备 $(n-1)$ 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层;
 - ④ 在上述 n 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层上采用刮膜法制备一层液态的未聚合的聚合物单体层, 经紫外线照射原位聚合成一层平整的有机绝缘材料厚膜层。
8. 一种采用权利要求 7 所述的制备封装层的方法对塑料基片进行改性, 该方法包括以下步骤:
 - ① 在塑料基片上蒸镀一层液态的未聚合的聚合物单体层, 经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜;

- 
- 
- ② 在上述聚合物材料层上淀积一层陶瓷材料层；
 - ③ 重复上述步骤①～②，再制备 $(n-1)$ 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层；
 - ④ 在上述 n 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层上采用刮膜法制备一层液态的未聚合的聚合物单体层，经紫外线照射原位聚合成一层平整的有机绝缘材料厚膜层。

说明书

一种有机电致发光器件的封装层及其制备方法和应用

技术领域

本发明涉及一种有机电致发光器件的封装层及其制备方法，并涉及制备该封装层方法的应用，属于有机电致发光技术领域。

背景技术

当今，随着多媒体技术的发展和信息社会的来临，对平板显示器性能的要求越来越高。近年来新出现了三种显示技术：等离子显示器、场发射显示器和有机电致发光显示器，均在一定程度上弥补了阴极射线管和液晶显示器的不足。其中，有机电致发光显示器具有自主发光、低电压直流驱动、全固化、视角宽、颜色丰富等一系列的优点，与液晶显示器相比，有机电致发光显示器不需要背光源，视角大，功率低，其响应速度可达液晶显示器的 1000 倍，其制造成本却低于同等分辨率的液晶显示器。因此，有机电致发光显示器具有广阔的应用前景，被看作极赋竞争力的未来平板显示技术之一。

1987 年，美国 Kodak 公司的 C. W. TANG 等人(C. W. Tang, S. A. Slyke, Appl. Phys. Lett. 51, 913 (1987)) 首次采用双层结构，以芳香二胺类衍生物作为空穴传输材料，以一种荧光效率很高且能用真空镀膜法制成均匀致密的高质量薄膜的有机小分子材料——8-羟基喹啉铝（以下简称 Alq_3 ）作为发光层材料，制备出较高量子效率（1%）、高发光效率（ $>1.5lm/W$ ）、高亮度（ $>1000cd/m^2$ ）和低驱动电压（ $<10V$ ）的有机电致发光器件（Organic Electroluminescent Devices，以下简称 OLEDs），使得该领域的研究工作进入一个崭新的时代。1990 年，英国 Cambridge 大学卡文迪许实验室的 Burroughes 和他的同事发现聚合物材料也具有良好的电致发光性能，这个重要的发现将有机电致发光材料的研究推广到聚合物领域。十余年来，人们不断地提高有机电致发光器件的制备工艺，其相关技术得到了飞速的发展。

OLEDs 产品从量产技术上讲，目前还没有达到产品化的要求，实现 OLEDs 量产所面临的困难，主要有以下几个方面：（1）OLEDs 的寿命问题，（2）生产技术和质量管理问题，（3）相关技术问题（特别是驱动技术），其中，寿命是目前面临的最大问题之一。可以说，OLEDs 的寿命问题得不到相应的解决，新一代的显示器的产品化和实用化就无从谈起。目前，因为器件中的有机物和阴极对水汽和氧气都非常敏感，就是说 OLEDs 的寿命问题很大程度上取决于器件封装效果的好坏。大量的研究表明水汽和氧气是造成 OLEDs 失效的主要原因，作为 OLEDs 阴极的活泼金属很容易和水汽、氧气反应。我们可

以做一个简单的估算, Mg 的原子量是 24, 密度是 1.74g/cm^3 , 如果 OLEDs 中的金属阴极 Mg 层的厚度为 50nm, 则该器件含金属 Mg 的量为 $3.6 \times 10^{-7}\text{mol/cm}^2$, 只需要约 $6.4 \times 10^{-6}\text{g}$ 水就能与之完全反应。要使得 Mg 完全被破坏时间为一年, 则封装层必须使得水渗透率小于 $1.5 \times 10^{-4}\text{g/m}^2/\text{day}$ 。而实际上器件中阴极只要有 10% 被氧化, 形成的不发光区域就非常明显 (如果阴极的氧化发生在金属与有机物的界面处, 即使被破坏的阴极仅为 5\AA 也可能导致器件失效), 通常认为, 忽略水、氧对有机层的破坏作用, OLEDs 要求的封装层水氧透过率应小于 $10^{-5}\text{g/m}^2/\text{day}$ (Burrows PE, Graff GL, Gross ME, et al. Displays 22, 65 2001)。

如今, 无论以有机小分子还是以聚合物为发光材料的 OLEDs 都已达到初步的产业化水平。OLEDs 作为一种全固化的显示器件 (无论是小分子还是聚合物), 其最大优越性在于能够制备出柔性的显示器件, 如与柔性晶体管技术相结合, 可以制成电子报刊、墙纸电视、可穿戴的显示器等等产品, 将淋漓尽致的展现出有机半导体技术的魅力。柔性 OLEDs 与普通 OLEDs 的不同仅仅在于基片的不同, 但对于软屏器件而言, 基片是影响其效率和寿命的主要原因。软屏器件采用的塑料基片与玻璃基片相比, 有以下缺点:

- (1) 塑料基片的平整性通常比玻璃基片要差, 基片表面的突起会给器件膜层结构带来缺陷, 引起器件损坏;
- (2) 塑料基片的水、氧透过率远远高于玻璃基片, 而水、氧是造成器件迅速老化的主要因素。即使是在食品包装等领域应用的带水氧阻隔层的薄膜, 其水氧透过率也与 OLEDs 的要求相去甚远。

为此, 人们对塑料基片进行了改性, 改善塑料基片的表面平整度, 提高其水氧阻隔性能。美国专利 US4, 842, 893 (公告日: 1989 年 6 月 27 日)、US4, 954, 371 (公告日: 1990 年 9 月 4 日) 和 US5, 260, 095 (公告日: 1993 年 11 月 9 日) 提到的聚合物交替多层膜 (Polymer Multilayer, 以下简称 PML) 技术被认为是行之有效的一项改善塑料基片性能的技术。PML 技术是在真空状态下制备聚合物材料、陶瓷类材料的交替多层膜。其中聚合物层作为柔性的缓冲层, 并起到使塑料基片表面平整均一的作用。采用的聚合物材料通常是室温下为液态的聚合物单体, 如丙烯酸类单体, 蒸镀到基片表面后因为表面张力作用形成非常平整的膜层, 再通过紫外光照射使之聚合固化, 形成聚丙烯酸酯类膜层。采用的陶瓷类材料通常是氧化硅、氮化硅、氮氧化硅以及氧化铝、氮化铝、氮氧化铝等, 水氧透过率极低, 而且在可见光区透明。研究表明, 经 PML 技术改性后的塑料基片表面非常平整, 而且水氧阻隔性能可以与玻璃相媲美。PML 交替多层结构的引入也改善了塑料基片与透明导电膜 (如氧化铟锡, 以下简称 ITO) 的结合力, 从而提高 OLEDs 的性能。

PML 技术还可用于 OLEDs 的封装。玻璃基片的 OLEDs 所采用的粘合封装片的方法不适用于软屏, 因为软屏器件在弯曲时, 粘合的封装片有可能摩擦破坏金属层。美国专利

US6,146,225 (公告日: 2000 年 11 月 14 日) 采用 PML 技术对 OLEDs 进行封装, 薄膜封装层采用聚合物层、陶瓷层、聚合物层结构, 并在膜层中加入活泼金属作为吸湿剂, 薄膜封装层直接制备在器件背面 (器件阴极一侧), 提高了器件的寿命。但仅用 PML 薄膜封装层还不能达到理想的封装效果, 而且 PML 薄膜封装层对器件机械性能 (主要指器件柔性, 防止刮擦和防止外力破坏) 改善不大, 薄膜封装层和有机层均易受到破坏。

发明内容

本发明的目的是提供一种有机电致发光器件的封装层, 以提高器件的寿命和机械性能。

本发明的另一目的是提供一种有机电致发光器件的封装层的制备方法, 以简化器件的封装工艺。

本发明的又一目的是把本发明制备封装层的方法应用于对塑料基片进行改性, 制备出高水、氧阻隔性能的柔性基片。

为实现上述目的, 本发明的一个技术方案是提供一种有机电致发光器件的封装层, 该封装层位于器件一侧或两侧, 包括由聚合物材料层和陶瓷材料层以一定周期数 n 交替重叠组成的薄膜层, 其特征在于: 还包括位于薄膜层上的一层有机绝缘材料厚膜层, 这层厚膜层采用聚合物材料。

在本发明的技术方案中所述的薄膜层周期数 n 为 1~10 (整数)。

上述技术方案中被封装的有机电致发光器件的基片为玻璃或塑料, 塑料基片采用聚酯类或聚酰亚胺类化合物中一种材料, 如聚对苯二甲酸乙二酯 (以下简称 PET) 等。如果上述被封装的有机电致发光器件的基片为玻璃的话, 只需在器件阴极一侧进行封装即可。

器件封装层的薄膜层上加上一层有机绝缘材料厚膜层还能提高软屏 OLEDs 的柔性。如图 2 所示, 物体被弯曲时, 上表面受到拉应力, 下表面受到压应力, 在物体中间有一受力为零的应力中轴层 n_0 。距离中轴层距离为 y 的任意层 n_1 所受的应力为:

$$\varepsilon = \frac{y}{R}$$

其中 y 为 n_1 到 n_0 的距离, R 为 n_0 层的曲率半径。在有机电致发光器件中, ITO 薄膜层、有机层、金属电极层 (以下称为功能层) 均制备在塑料基片之上, 基片的厚度通常为数百微米, 而上述功能层厚度仅为数十至数百纳米。对未封装的柔性器件而言, 当器件被弯曲时, 因功能层位于塑料基片的表面, 离应力中轴层的距离 y 最大, 在较大的曲率半径 R 时, ε 就达到使功能层被破坏的程度。而采用本发明提供的封装层, 通过调整有机绝缘材料厚膜层的膜厚 (从数十到数千微米可以任意调节), 可以使得功能层的

位置接近应力中轴层，减小了 y ，因此在弯曲到较小的曲率半径 R 时， ε 才能达到使功能层被破坏的程度，可以提高器件的柔性。当功能层位于应力中轴层时，甚至可以实现可折叠的柔性器件。而且，有机绝缘材料厚膜层也能增强器件的抗刮擦性能。

本发明提出的有机电致发光器件的封装层，具有以下优点：在该封装层的薄膜层上加上一层有机绝缘材料厚膜层能够进一步提高器件的柔性和水氧阻隔性能，进而提高了器件的寿命和机械性能。

本发明的另一个技术方案是提供一种有机电致发光器件的封装层的制备方法，该方法包括以下步骤：

- ① 在有机电致发光器件的一侧蒸镀一层液态的未聚合的聚合物单体层，经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜；
- ② 在上述聚合物材料层上淀积一层陶瓷材料层；
- ③ 重复上述步骤①～②，再制备 $(n-1)$ 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层；
- ④ 在上述 n 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层上采用刮膜法制备一层液态的未聚合的聚合物单体层，经紫外线照射原位聚合成一层平整的有机绝缘材料厚膜层。

本发明提供的有机电致发光器件的封装层的制备方法，具有以下优点：由于在具有 n 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层上制备了一层有机绝缘材料厚膜层，那么同样为达到提高器件的寿命和机械性能的目的，就可以减少相应制备薄膜层的周期数，从而简化了工艺。

本发明的又一个技术方案是提供一种采用上述技术方案提出的制备封装层的方法对塑料基片进行改性，该方法包括以下步骤：

- ① 在塑料基片上蒸镀一层液态的未聚合的聚合物单体层；经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜；
- ② 在上述聚合物材料层上淀积一层陶瓷材料层；
- ③ 重复上述步骤①～②，再制备 $(n-1)$ 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层；
- ④ 在上述 n 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层上采用刮膜法制备一层液态的未聚合的聚合物单体层，经紫外线照射原位聚合成一层平整的有机绝缘材料厚膜层。

本发明提供的制备封装层方法的应用，除达到对塑料基片进行改性的目的外，可制备出高水、氧阻隔性能的柔性基片。

下面结合附图通过具体实施方式、实施例加以说明，本发明可变得更加清楚。

附图说明

图 1 是具有本发明封装层的有机电致发光器件的结构示意图，其中 10 是有机电致发光器件，由 11、12、13、14 共同构成，11 是透明基片，12 是阳极层，13 是有机功能层，14 是阴极层；20 为该器件的封装层，由 21、22 共同构成，21 是由聚合物材料层和陶瓷材料层以一定周期数 n 交替重叠组成的薄膜层，211 是聚合物材料层，212 是陶瓷材料层，22 是有机绝缘材料厚膜层。

图 2 是物体膜层应力示意图，其中 n_0 为物体中间的一受力为零的应力中轴层， n_1 为距离中轴层 n_0 距离为 y 的任意层， y 为 n_1 到 n_0 的距离， R 为 n_0 层的曲率半径。

图 3 是本发明实施例 4 在 PET 基片表面上制备一层不同厚度 UV 固化胶后的原子力显微镜图（以下简称 AFM 图）。

图 4 是本发明实施例 5 封装和未封装的器件持续工作时的亮度衰减曲线。

下面结合附图和具体实施方式详细阐述本发明的内容，应该理解本发明并不局限于下述优选实施方式，优选实施方式仅作为本发明的说明性实施方案。

具体实施方式

图 1 是具有本发明封装层的有机电致发光器件的结构示意图，其中 10 为有机电致发光器件，由 11、12、13、14 共同构成，11 是透明基片，12 是阳极层，13 是有机功能层，14 是阴极层。20 为本发明提出的有机电致发光器件的封装层，由 21、22 共同构成；21 是由聚合物材料层 211 和陶瓷材料层 212 以一定周期数 n 交替重叠组成的薄膜层；聚合物材料层 211 的膜厚为 50~1000nm，采用聚甲基丙烯酸甲酯、聚甲基丙烯酸乙酯、UV 固化胶中的一种聚合物；陶瓷材料层 212 具有很高的水氧阻隔性能，膜厚为 10~1000nm，采用氮化物、氧化物或氮氧化物中的一种材料，氮化物一般为氮化硅、氮化铝、氮化钛等，氧化物一般为氧化硅、氧化铝、氧化钛等，氮氧化物一般为氮氧化硅、氮氧化铝、氮氧化钛等；22 为有机绝缘材料厚膜层，膜厚为 10~1000 μ m，采用 UV 固化胶、防潮绝缘有机涂料中的一种聚合物。

结合附图，本发明提出的有机电致发光器件的封装层的一种制备方法详细阐述如

下:

- ① 将有机电致发光器件置于真空镀膜机中, 抽真空度至 $10^{-4} \sim 10^{-3} \text{Pa}$, 在上述器件的背面蒸镀一层液态的未聚合的聚合物单体层, 用紫外线照射使其固化, 照射时间根据所采用材料不同而不同, 通常为 $1 \sim 10 \text{min}$, 液态的单体层经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜, 膜厚为 $50 \sim 1000 \text{nm}$;
- ② 在上述聚合物材料层上利用直流磁控溅射或射频磁控溅射的方法制备陶瓷材料层, 在背景压强为 $10^{-4} \sim 10^{-3} \text{Pa}$ 条件下通入氮气或氧气, 控制反应起来的流量比, 调节真空室的气压为 $0.1 \sim 10 \text{Pa}$, 采用高纯钛靶、铝靶或硅靶在 $0.5 \sim 50 \text{W/cm}^2$ 的直流功率密度下溅射, 通过冷却系统控制上述器件温度在 40°C 以下, 溅射时间为 $10 \text{s} \sim 60 \text{min}$, 溅射的膜厚为 $10 \sim 1000 \text{nm}$;
- ③ 重复上述步骤①~②, 再制备 $(n-1)$ 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层;
- ④ 在上述 n 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层上采用刮膜法制备一层液态的未聚合的聚合物单体层, 经紫外线照射 $1 \sim 10 \text{min}$ 原位聚合成一层平整的有机绝缘材料层, 膜厚为 $10 \sim 1000 \mu\text{m}$ 。

结合附图, 本发明提出的有机电致发光器件的封装层的另一种制备方法详细阐述如下:

- ① 将有机电致发光器件置于真空镀膜机中, 抽真空度至 $10^{-4} \sim 10^{-3} \text{Pa}$, 在上述器件的背面蒸镀一层液态的未聚合的聚合物单体层, 用紫外线照射使其固化, 照射时间根据所采用材料不同而不同, 通常为 $1 \sim 10 \text{min}$, 液态的单体层经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜, 膜厚为 $50 \sim 1000 \text{nm}$;
- ② 在上述聚合物层上利用等离子增强型化学气相淀积(以下简称 PECVD)方法制备陶瓷材料层, 在背景压强为 $10^{-4} \sim 10^{-3} \text{Pa}$ 条件下通入反应气体(如生长氮化硅所用气体为硅烷和氨气), 控制反应起来的流量比, 调节反应室气压为 $5 \sim 50 \text{Pa}$, 反应室温度控制在 50°C 以下, 在 $10 \sim 500 \text{W}$ 的功率下生长陶瓷层材料, 生长时间为 $10 \text{s} \sim 30 \text{min}$, 淀积的膜厚为 $10 \sim 1000 \text{nm}$;
- ③ 重复上述步骤①~②, 再制备 $(n-1)$ 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层;
- ④ 在上述 n 周期的聚合物材料层和陶瓷材料层交替重叠组成的薄膜层上采用刮膜法制备一层液态的未聚合的聚合物单体层, 经紫外线照射 $1 \sim 10 \text{min}$ 原位聚合成一层平整的有机绝缘材料层, 膜厚为 $10 \sim 1000 \mu\text{m}$ 。

本发明制备封装层的方法应用于对塑料基片进行改性，即同时制备出高水、氧阻隔性能的柔性基片的具体步骤同上述两种具体制备方法。

实施例 1.

将玻璃基片的 OLEDs 置于真空镀膜机中，抽真空至 5×10^{-4} Pa。在器件的背面蒸镀一层液态的 UV 固化胶 (UV STRCTL 352, 乐泰公司)，用紫外线照射使其固化，照射时间为 5min，UV 固化胶经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜，膜厚为 300nm。在背景压强为 $10^{-4} \sim 10^{-3}$ Pa 条件下通入氮气，调节真空室的气压为 0.40Pa，采用高纯钛靶在 96W 的直流功率下向 UV 固化胶上溅射，基片温度控制在 40°C 以下，生长时间为 10min，氮化钛薄膜膜厚为 50nm。重复上述步骤再制备 1 个周期的 UV 固化胶/氮化钛复合薄膜层。最后，在手套箱内通入惰性气体氮气，在上述薄膜层之上采用刮膜法制备一层液态的 UV 固化胶，用紫外线照射 5min 使其聚合，膜厚为 $70\mu\text{m}$ 。

实施例 2:

将玻璃基片的 OLEDs 置于真空镀膜机中，抽真空至 4×10^{-4} Pa。在器件的背面蒸镀一层液态的 UV 固化胶 (UV STRCTL 352, 乐泰公司)，用紫外线照射使其固化，照射时间为 5min，UV 固化胶经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜，膜厚为 300nm。在背景压强为 $10^{-4} \sim 10^{-3}$ Pa 条件下通入氧气，调节真空室的气压为 0.40Pa，采用高纯铝靶在 96W 的直流功率下向 UV 固化胶上溅射，基片温度控制在 40°C 以下，生长时间为 10min，氧化铝薄膜膜厚为 50nm。重复上述步骤再制备 2 个周期的 UV 固化胶/氧化铝复合薄膜层。最后，在手套箱内通入惰性气体氮气，在上述薄膜层之上采用刮膜法制备一层液态的 UV 固化胶，用紫外线照射 5min 使其聚合，膜厚为 $70\mu\text{m}$ 。

上述两个实施例与传统的玻璃封装片封装方法相比，该方法可以减轻器件的重量，使整个器件厚度下降。

实施例 3.

因为常用气体透过率检测设备只能检测 $10^{-2}\text{g}/\text{m}^2/\text{day}$ 以上透过率，封装后透过率均在此范围以下，所以用活泼金属 Ca 的氧化来检测周期数对封装性能的影响：

封装结构为：玻璃片/Ca/(UV 固化胶 $\langle 100\text{nm} \rangle$ /氮化钛 $\langle 80\text{nm} \rangle$)_n/UV 固化胶 $\langle 100\mu\text{m} \rangle$

在温度 50°C ，湿度 95% 的环境下用肉眼对 Ca 完全氧化的时间进行观察：

n	Ca 完全氧化时间/h
0	<0.1
1	8.5
2	108.5
3	298.3
4	488.9
5	663.3
6	629
7	710.4
8	760.3
9	766.2
10	744.7

5 个周期以后寿命提高不大，而且工艺步骤复杂，所以 5 个周期为优选的周期数。

实施例 4.

我们从图 3 可以看到，在塑料基片 PET 上面分别蒸镀 80nm、150nm 和 300nm 厚的 UV 固化胶，利用紫外线照射聚合并与未制备 UV 固化胶的软屏基片表面进行对比。可以看出，软屏基片表面非常粗糙，有很多毛刺，不利于形成平整致密的陶瓷层。而基片蒸镀了 80nm 的 UV 固化胶后，表面形貌虽然有一定的改善，但是仍然布满了深度约为 7nm 的针孔，这些针孔的存在会使在其上形成的陶瓷材料层表面不平，而且会给水氧的渗入提供通道。当 UV 固化胶的厚度增加到 150nm，可以看到表面的针孔明显减少，而且深度只有 2nm 左右，表面平整度有了很大改善。当 UV 固化胶厚度增加到 300nm，表面非常平整。但考虑到蒸镀速率和时间的因素，下面的实施例中对 PET 基片进行改性的薄膜层中 UV 固化胶膜厚为 150nm。

将 PET 基片放入真空镀膜机，抽真空至 4×10^{-4} Pa，在 PET 基片一侧蒸镀一层液态的 UV 固化胶（UV STRCTL 352，乐泰公司），用紫外线照射使其固化，照射时间为 5min，UV 固化胶经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜，膜厚为 150nm。将镀有 UV 固化胶

的 PET 基片送入 PECVD 反应室，抽真空至 1×10^{-3} Pa，通入反应气体，硅烷和氨气的流量比为 1，反应室气压为 10 Pa，反应室温度控制在 50°C ，在 100 W 的射频功率下生长 100 nm 的氮化硅，生长时间为 2 min。重复上述步骤再制备 2 个周期的 (UV 固化胶/氮化硅) 复合薄膜层。最后，在手套箱内通入惰性气体氮气，在上述薄膜层之上采用刮膜法制备一层液态的 UV 固化胶，用紫外线照射 5 min 使其聚合，膜厚为 $70\mu\text{m}$ 。

实施例 5:

将实施例 4 中提到的经过改性的 PET 基片（以下称为基片 1）置于真空镀膜机中，抽真空至压强 3×10^{-4} Pa。通入氩气和氧气，控制其流量比为 100:1，调节气压至 0.5 Pa，采用氧化铟锡靶直流磁控溅射，基片 1 温度控制在 40°C 以下，溅射功率为 60 W，生长时间为 10 min，透明导电膜 ITO 厚度为 100 nm，表面方块电阻为 100Ω 。

将制备好透明导电膜 ITO 的基片 1 从直流磁控溅射设备中取出，送入真空镀膜机，抽真空至压强 3×10^{-4} Pa，制备 OLEDs 器件。其制备过程为，在具有 ITO 的基片 1 上依次蒸镀铜酞菁（以下简称 CuPc）15 nm，空穴传输材料 N,N'-二-（1-萘基）-N,N'-二苯基-1,1'-联苯基-4,4'-二胺（以下简称 NPB）50 nm，Alq₃ 50 nm，Mg:Ag 合金（摩尔比 10:1）200 nm。然后在器件背面蒸镀一层液态的 UV 固化胶，用紫外线照射使其固化，照射时间为 5 min，UV 固化胶经紫外线照射原位聚合成平整的固态薄膜，膜厚为 300 nm。在背景压强为 $10^{-4} \sim 10^{-3}$ Pa 条件下通入氧气和氮气，控制其流量比为 1:2，调节真空室的气压为 0.50 Pa，采用高纯铝靶在 100 W 的直流功率下向 UV 固化胶上溅射，基片温度控制在 40°C 以下，生长时间为 10 min，氮氧化铝薄膜膜厚为 50 nm。重复上述步骤再制备 1 个周期的 UV 固化胶/氮氧化铝复合薄膜层。最后，在手套箱内通入惰性气体氮气，在上述薄膜层之上采用刮膜法制备一层液态的 UV 固化胶，用紫外线照射 5 min 使其聚合，膜厚为 $70\mu\text{m}$ 。

在基片 1（另一片）上按照同样的条件制备 OLEDs 器件，不封装。

在 $20\text{mA}/\text{cm}^2$ 的电流下，测试器件的亮度衰减曲线，如附图 4 中所示。

尽管结合优选实施例对本发明进行了说明，但本发明并不局限于上述实施例和附图，尤其是本发明的封装层可以制备在器件阴极一侧，也可以制备在整个器件的表面。应当理解，在本发明构思的引导下，本领域技术人员可进行各种修改和改进，所附权利要求概括了本发明的范围。

16

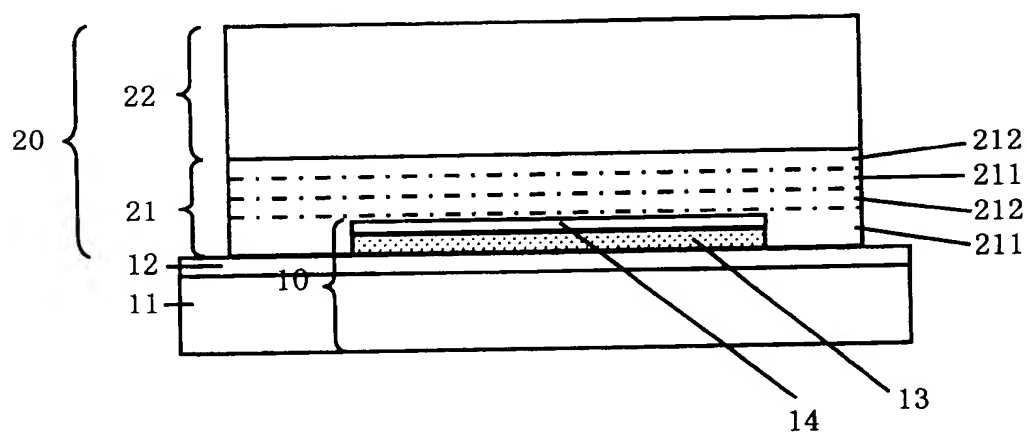


图 1

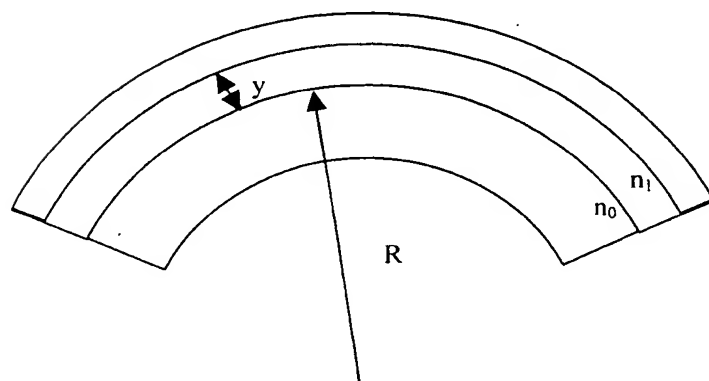


图 2

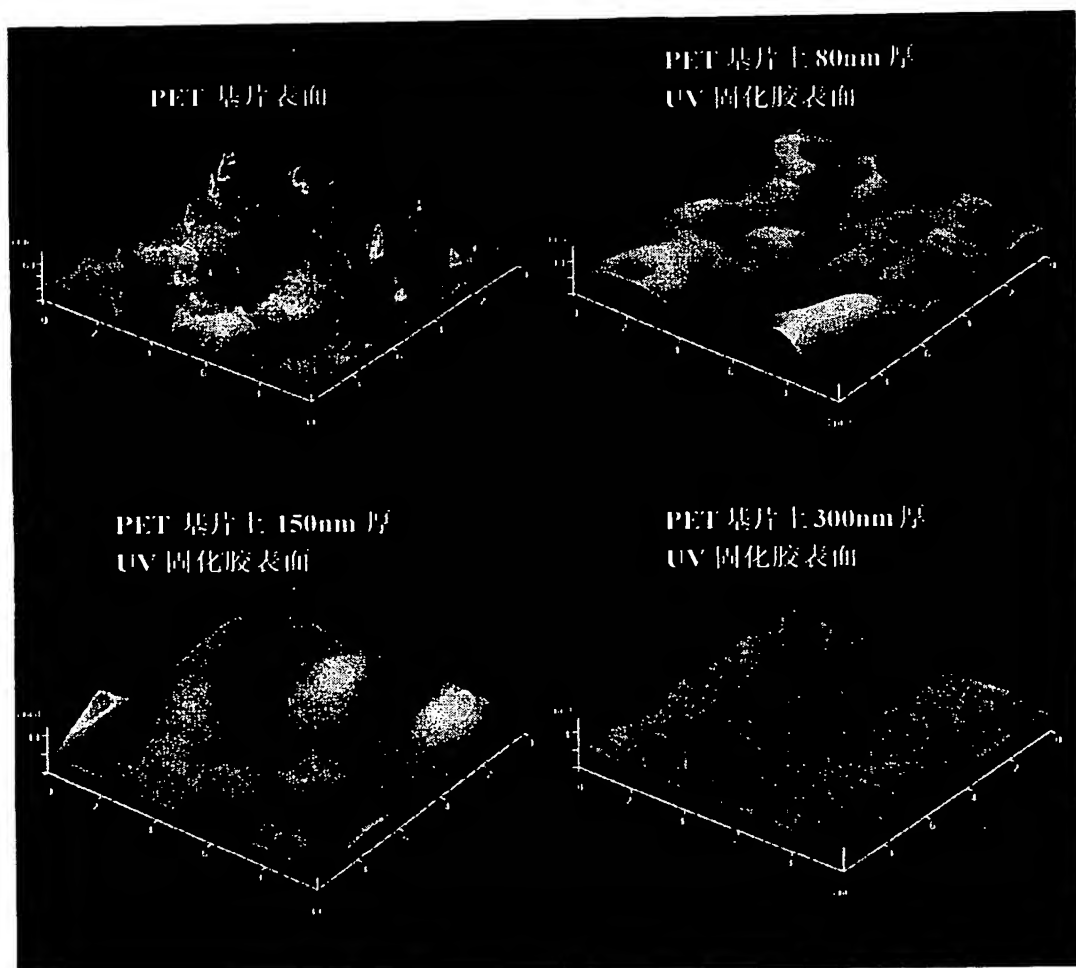


图 3

BEST AVAILABLE COPY

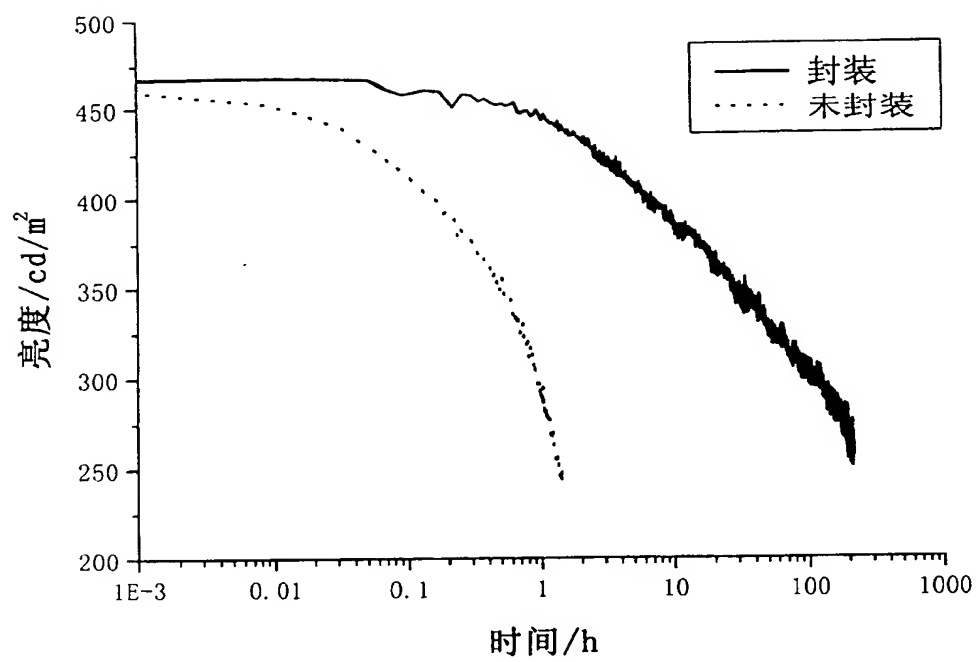


图 4